

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-174009

⑬ Int.Cl.⁴G 02 B 21/00
C 08 K 5/10

C 08 L 91/06

識別記号

CAJ
KAS
LSJ

庁内整理番号

8708-2H

A-6845-4J

6845-4J

⑭ 公開 昭和63年(1988)7月18日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑮ 発明の名称 顕微鏡用液浸油

⑯ 特 願 昭62-6807

⑰ 出 願 昭62(1987)1月14日

⑱ 発 明 者 田 中 逸 啓 山口県下松市生野屋時宗1260の7番地
⑲ 出 願 人 出光石油化学株式会社 東京都千代田区丸の内3丁目1番1号
⑳ 代 理 人 弁理士 福村 直樹

明 細 書

1. 発明の名称

顕微鏡用液浸油

2. 特許請求の範囲

(1) フタル酸ジアルキルエステルと塩素化パラフィンとを含むことを特徴とする顕微鏡用液浸油。

(2) フタル酸ジアルキルエステルと塩素化パラフィンとの配合重量比が、20:80~70:30の範囲内にある特許請求の範囲第1項に記載の顕微鏡用液浸油。

(3) フタル酸ジアルキルエステルのアルキル基の炭素数が、1~5の範囲内にある特許請求の範囲第1項に記載の顕微鏡用液浸油。

(4) フタル酸ジアルキルエステルが、フタル酸ジメチルである特許請求の範囲第1項もしくは第2項に記載の顕微鏡用液浸油。

(5) フタル酸ジアルキルエステルが、フタル酸ジエチルである特許請求の範囲第1項もしくは第2項に記載の顕微鏡用液浸油。

(6) 塩素化パラフィンが、塩素含有率が55重量%以下である塩素化パラフィンと塩素含有率が55重量%より高い塩素化パラフィンとを含むものである特許請求の範囲第1項に記載の顕微鏡用液浸油。

(7) 塩素化パラフィンが、塩素含有率が35~55重量%の範囲内にある塩素化パラフィンと塩素含有率が60~75重量%の範囲内にある塩素化パラフィンとを含むものである特許請求の範囲第6項に記載の顕微鏡用液浸油。

(8) 塩素含有率が55重量%以下である塩素化パラフィンと、塩素含有率が55重量%より高い塩素化パラフィンとの配合重量比が、10:90~80:20の範囲内にある特許請求の範囲第6項に記載の顕微鏡用液浸油。

(9) 塩素含有率が55重量%以下である塩素化パラフィンと、塩素含有率が55重量%より高い塩素化パラフィンとの配合重量比が、10:90~50:50の範囲内にある特許請求の範囲第8項に記載の顕微鏡用液浸油。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は顕微鏡用液浸油に関する。さらに詳しくは、本発明は、特に蛍光性が低い顕微鏡用の液浸油に関する。

〔従来の技術およびその問題点〕

顕微鏡の倍率を高める方法の1つとして、対物レンズの開口数を大きくする液浸油を用いることがある。この場合に用いる液浸油として、従来は、グリセリン、シリコン油あるいはポリ塩化ビフェニル(PCB)を主成分とするもの(以下、PCB油という。)等が知られている。

しかしながら、グリセリンは吸湿性があり、また屈折率も低く、他方、シリコン油は高粘度であり屈折率が低いという欠点がある。また、PCB油は人体に有害であるという欠点がある。

このような不都合を解消させるために、特公昭55-35053号公報には、ジフェニルメタン誘導体と流動パラフィンとからなる液浸油についての提案がなされている。

発生量の少ないものであることが望ましい。したがって、例えば特公昭55-35053号公報および米国特許4465621号公報に記載されている顕微鏡用液浸油のように複数の芳香族環を有する化合物を主成分とするものは、蛍光の発生量が多く、蛍光顕微鏡においては有効に使用することができないとの問題を有している。

さらに、米国特許4465621号公報に開示されている顕微鏡用液浸油は、色相が悪いとの問題もある。

〔発明の目的〕

本発明は、屈折率、アッペ数、動粘度、不乾性、耐熱性、耐蝕性、コントラスト、解像力および色収差などの顕微鏡用液浸油に要求される特性が良好であって、なおかつ蛍光性が低く、良好な色相を有し、そして透明度も高い顕微鏡用液浸油を提供することを目的とする。

〔前記目的を達成するための手段〕

前記問題点を解決する本発明の構成は、フタル酸ジアルキルエステルと塩素化パラフィンとを含

また、米国特許4465621号公報には、ブチルベンジルフタレートと塩素化パラフィンとからなる顕微鏡用液浸油が開示されている。

これらの液浸油は、屈折率、アッペ数、粘度および解像力などの顕微鏡用液浸油に要求される諸性質をほぼ十分に備えた優れたものであるが、分光光度計による測定では蛍光性が高過ぎるという問題がある。

すなわち、蛍光顕微鏡は、光源として、蛍光を励起させる紫外線を発する超高圧水銀ランプを使用している。この場合に用いられる励起光としては、波長365nmを中心とした励起フィルターによって蛍光を励起するU励起、波長405nmまたは435nmの輝線紫外ないしVB励起の幅広い励起光によって励起するV励起、波長410nmを中心とした励起フィルターによって蛍光を励起するB励起、および546nmを中心とした励起フィルターによって蛍光を励起するG励起があり、蛍光顕微鏡がこれら各励起光によって試料が発する蛍光を観察するのであるから、用いる顕微鏡用液浸油は、蛍光

むことを特徴とする顕微鏡用液浸油である。

本発明の顕微鏡用液浸油を構成する成分であるフタル酸ジアルキルエステルとしては、通常は、炭素数が1~5のアルキルエステルを用いる。アルキルエステル以外である場合、たとえば、二重結合を有する場合、あるいは芳香族環を有する場合には、顕微鏡用液浸油の蛍光性が増大する傾向を示すので好ましくない。また、炭素数が6以上のアルキルエステルは、安定性が低くなる傾向があり、さらに粘度が高くなる傾向がある。

フタル酸ジアルキルエステルは、結合している二個のアルキル基が、異なってもよいが、同一のアルキル基を有するものであることが好ましい。

本発明で用いるフタル酸ジアルキルエステルとしては、たとえば、フタル酸ジメチルエステル、フタル酸ジエチルエステル、フタル酸ジプロピルエステル、フタル酸ジ*n*-ブチルエステル、フタル酸ジ*tert*-ブチルエステルおよびフタル酸ジペンチルエステルを挙げることができる。これらの中

でもフタル酸ジメチルエステルおよびフタル酸ジエチルエステルが好ましく、これらは単独であっても、組み合わせても使用することができる。

本発明の顕微鏡用被投油は、上述のフタル酸ジアルキルエステルと塩素化パラフィンとを含む。

本発明で用いる塩素化パラフィンは、通常のものを使用することができる。すなわち、塩素化パラフィンは、たとえば流動パラフィンを塩素化処理することにより製造することができる。ここで流動パラフィンは、たとえば、スピンドル油留分、冷凍機油留分、ダイナモ油留分、マシン油留分およびタービン油留分などの潤滑油留分などに硫酸洗浄および白土処理などの処理を施して精製することにより得られる。

本発明に於ては、酸価が0.01~0.50KOHmg/gの範囲内にあり、25℃における粘度が0.5~40,000ポイズの範囲内にあり、25℃における比重が1.10~1.80の範囲内にあり、そして色度(APHA)が50~350の範囲内にある塩素化パラフィンを好適に使用することができる。

低塩素化パラフィンと高塩素化パラフィンとの配合重量比は、通常は、10:90~80:20の範囲内に設定される。特にこの配合重量比を、10:90~50:50の範囲内に設定することが好ましい。高塩素化パラフィンの配合量が高くなるようにすると、得られる被投油の特性がさらに向上する傾向がある。

フタル酸ジアルキルエステルと塩素化パラフィンとの配合重量比は、適宜に設定することができるのであるが、本発明においては特にフタル酸ジアルキルエステルと塩素化パラフィンとの配合重量比を20:80~70:30の範囲内に設定することが好ましい。なお、塩素化パラフィンとして前述の低塩素化パラフィンと高塩素化パラフィンを含む場合には、塩素化パラフィンの重量は両者の合計重量である。

さらに、フタル酸ジアルキルエステルと塩素化パラフィンとの配合重量比を25:75~60:40の範囲内に設定すると、顕微鏡用被投油の特性がさらに向上する傾向がある。

さらに、本発明においては、塩素化パラフィンとして、塩素含有率の異なる二種以上の塩素化パラフィンを使用することが好ましい。殊に塩素含有率の異なる二種の塩素化パラフィンを好適に配合することにより、本発明の顕微鏡用被投油の粘度およびアッペ数を有効に低下させることができる。

二種の塩素化パラフィンをを使用する場合には、通常は、塩素化パラフィンを、塩素含有率が55重量%以下の塩素化パラフィン（以下単に「低塩素化パラフィン」と記載することもある）と、塩素含有率が55重量%より高い塩素化パラフィン（以下単に「高塩素化パラフィン」と記載することもある）とに区分して、両者を混合して用いる。特に、低塩素化パラフィンとして塩素含有率が55重量%以下のもの（さらに好適には55~35重量%の範囲内にあるもの）を使用し、高塩素化パラフィンとして塩素含有率が56重量%以上のもの（さらに好適には60~75重量%の範囲内にあるもの）を用いることが好ましい。

本発明の顕微鏡用被投油は、上記のフタル酸ジアルキルエステルと塩素化パラフィンとを単に混合することにより製造することができる。

混合は、通常は、常温ないし加熱下に1分以上攪拌することにより行なわれる。

こうして得られた本発明の顕微鏡用被投油は、分散性を示す数値であるアッペ数が40~58の範囲内（好適には42~46の範囲内）にある。

また、屈折率は、通常は、1.5~1.6の範囲内にある。さらに、本発明の成分を調整することにより対物レンズの屈折率に近似した値、すなわち、屈折率を 1.515 ± 0.0005 の範囲内にすることができる。

さらに、本発明の顕微鏡用被投油の25℃における動粘度は、通常は、25℃における値が50,000センチストークス以下であり、特に本発明の顕微鏡用被投油においては、たとえば、フタル酸ジメチルエステルを用いた場合には、動粘度を、100センチストークス以下とすることができ、また、たとえば、フタル酸ジエチルエステルを用いた場合

には、100 センチストークス以下とすることができるなど低粘度にすることができる。

本発明の顕微鏡用液投油が従来のもの（たとえば分子中に二以上の芳香族環を有するフタル酸ベンジルブチルを主成分として含むもの）と比較して優れている点は、蛍光性が低い点、濁りが少ないなど良好な色相を示す点、および透明度が高い点にある。

すなわち、本発明の顕微鏡用液投油は、超高圧水銀ランプからの光線によって顕微鏡用液投油が、U 励起光およびV 励起光によって励起されることによって発生する蛍光量が少ない。したがって、本発明の顕微鏡用液投油は、従来の顕微鏡用液投油を使用していたのでは充分な観察をすることができなかった蛍光顕微鏡に対して、液投油として有効に使用することができる。

さらに、本発明の顕微鏡用液投油は透明度が高く、色相も良好であるので、蛍光顕微鏡用の液投油としての有用性が高い。

また、本発明の顕微鏡用液投油は、その外の特

ポリブタジエン、液状ポリイソブレンおよび液状ポリクロロブレン）、脂肪族飽和アルコール（たとえば、メタノール、プロパノール、ブタノール、ペンタノール、ヘキサノール、ヘプタノールおよびオクタノール）、脂環式アルコール（たとえば、シクロブタノール、シクロペンタノール、シクロヘキサノール、シクロヘプタノール、シクロオクタノール、シクロブテノール、シクロペンテノール、シクロヘキセノール、シクロヘプテノール、シクロオクテノール、トリシクロデカノール、トリシクロドデカノール、トリシクロデセノールおよびトリシクロドデセノール）ならびにカルボン酸エステル（たとえば、酢酸メチル、酢酸エチルおよび酢酸ジシクロペンタジエン）などが挙げられる。

【実施例】

次に本発明の実施例および比較例を示す。

（実施例 1～5、比較例 1～2）

第 1 表に示す成分を表示量で配合し、25℃で 10 分間攪拌混合して顕微鏡用液投油を調製した。

性、たとえば、不乾性、無毒性、外観、耐候性、耐蝕性、コントラストおよび解像力などの諸特性においても通常の顕微鏡用液投油と同レベルもしくはこれ以上のレベルにある。

なお、本発明の顕微鏡用液投油は、蛍光性が低いので蛍光顕微鏡用液投油として好適に使用することができるのは上述の通りであるが、通常の顕微鏡用液投油としても好適に使用できることは言うまでもない。

本発明の顕微鏡用液投油は、上述のようにフタル酸ジアルキルエステルと塩素化パラフィンとを含むものであれば良く、特に他の成分を添加する必要はないが、本発明の目的を阻害しない限り、他の成分を含有していても良い。

この場合の他の成分としては、たとえば、液状飽和炭化水素（たとえば、ペンタン、ヘキサン、ヘプタン、オクタン、ノナンおよび流動パラフィン）、液状オレフィン重合体（たとえば、液状ポリエチレン、液状ポリプロピレンおよび液状ポリブテン）、液状ジエン共重合体（たとえば、液状

得られた顕微鏡用液投油の屈折率、アッペ数、25℃における動粘度を測定し、さらにこの油の蛍光性、不乾性、色相、耐候性、耐食性および透明度の各性能の試験を行い、さらにこれ等の結果を基にして、顕微鏡用液投油としてのコントラスト、解像力および色収差の性能について評価した。

測定結果および評価結果を第 2 表に示す。

第1表

		実施例					比較例	
		1	2	3	4	5	1	2
77μm径シリカ 配合量(重量部)		100	100	100	100	-	-	-
77μm径シリカ 配合量(重量部)		-	-	-	-	100	-	-
77μm径シリカ 配合量(重量部)		-	-	-	-	-	100	100
塩素化 パラ フィン	塩素含有率 (重量%)	40	45	50	55	50	-	50
	配合量 (重量部)	80	100	50	100	17	-	40
	塩素含有率 (重量%)	70	65	60	60	60	60	-
	配合量 (重量部)	150	200	200	120	17	200	-

第2表

	実施例					比較例	
	1	2	3	4	5	1	2
屈折率	1.515	1.515	1.515	1.515	1.515	1.515	1.515
アッペ数	45.5	43.5	42.5	44.8	53.3	43.0	45.1
動粘度(cst) 25℃	85	83	78	90	250	180	250
蛍光性	○	○	○	○	○	×	×
不乾性	○	○	○	○	○	○	○
色相(外観)	○	○	○	○	○	△	△
耐熱性	○	○	○	○	○	○	○
耐食性	○	○	○	○	○	○	○
コントラスト	○	○	○	○	○	○	○
解像力	○	○	○	○	○	○	○
透明度	○	○	○	○	○	×	×

〔評価方法〕

なお、上記第2表に記載した顕微鏡用液浸油の物性の測定および評価は、以下に記載する方法により測定し評価したものである。

屈折率 (n_D^{25})、アッペ数 (ν_D^{25})

いずれも J I S K 2101 に準拠して測定した。

動粘度 (25℃)

J I S K 2283 に準拠して測定した。

不乾性

J I S C 2101 “電気絶縁油” 12、蒸発量試験に準じ、30℃×24時間の試験を行い、得られた結果から次の二段階で評価した。

評 価	蒸 発 量
良 好	・ ・ ・ ・ ・ 1 重量% 未満
不 良	・ ・ ・ ・ ・ 1 重量% 以上

外 観

試料を清浄なガラス容器に取り、にごりの有無を調査した。

耐 熱 性

以下に示す条件で、得られた顕微鏡用液浸油に光照射試験および加熱劣化試験を行ない、試験前の屈折率、アッペ数および色相とこの試験後の屈折率、アッペ数および色相とを比較して、次の二段階で評価した。

評 価

良 好	・ ・ 屈折率、アッペ数および色相のいずれにも変化がない
不 良	・ ・ 屈折率、アッペ数および色相のいずれかに変化が見られる

光 照 射 試 験

一定量 (40±0.5g) の試料をシャーレ (直径 9 cm) に取り、光 (光源として松下電器産業株式のハイライト白色 FL 20W を使用し、ランプと試料間の距離を 15cm とした) を一定時間 (24 時間、72 時間、120 時間) 照射後の屈折率の変化を測定した。

加 熱 劣 化 試 験

一定量 (40±0.5g) の試料を 50ml の共栓付三

角フラスコに取り、一定温度(40、70℃)の恒温槽中で24時間放置し、その後の屈折率、アッペ数および色相の変化を測定した。

耐蝕性

全酸価(JIS K 2501)および塗抹標本用染料への影響(JIS K 2400)の測定により腐蝕性の有無を調べた。

評 価

良 好・・・腐蝕性無し
不 良・・・腐蝕性有り

コントラスト

得られた顕微鏡用被投油を顕微鏡を投入して、クロムを蒸着した白黒のプレート上に刻んだ白黒の線を観察して、白黒の線の鮮明さによって、次の二段階で評価した。

評 価

良 好・・・明瞭
不 良・・・やや不明瞭

解像力

屈折率により、次の二段階で評価した。

第3表

励起光	実施例					比較例	
	1	2	3	4	5	1	2
U	4.8	4.5	4.6	5.2	4.5	40.0	35.0
V	1.1	1.2	0.9	1.0	1.0	3.5	3.0
B	0.3	0.3	0.3	0.3	0.4	0.4	0.4
G	0.2	0.2	0.2	0.2	0.4	0.4	0.4

(以下余白)

評 価

良 好・・・1.5140～1.5160
不 良・・・上記範囲以外

透明度

透過率(JIS K 0115)により、次の三段階で評価した。

評 価

透過率

良 好・・・95%以上
やや不良・・・95%未満90%以上
不 良・・・90%未満

なお、第2表において、上記各評価項目についての「良好」との評価は「○」で、「やや不良」との評価は「△」で、そして「不良」との評価は、「×」で表記した。

次に、得られた顕微鏡用被投油の蛍光発生量(相対強度)を測定した。

結果を第3表に示す。

なお、測定には、日本分光製、蛍光分光光度計FP-5504を使用した。

[発明の効果]

本発明の顕微鏡用被投油は、一般的に顕微鏡用被投油に要求される特性において、従来の顕微鏡用被投油と同レベルもしくはそれ以上のレベルにある。

そして、特に本発明の被投油は、U励起光およびV励起光によって発生する蛍光量が非常に少ない。従って、本発明の顕微鏡用被投油は、特に蛍光顕微鏡用の被投油として有用性が高い。

またさらに、本発明の被投油は、粘度が低く、非常に扱い易いとの特性をも有している。

特許出願人 出光石油化学株式会社
代 理 人 弁理士 福 村 直 樹